

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-228127

(43)Date of publication of application : 24.08.1999

---

(51)Int.Cl.

C01B 33/26

B01J 20/18

C09C 1/68

C11D 3/14

---

(21)Application number : 10-311987

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 02.11.1998

(72)Inventor : SAKAGUCHI MIKIO  
KODERA TAKANORI  
TAKENO MASA HARU  
SAKAMOTO ICHIRO

---

(30)Priority

Priority number : 09300769

Priority date : 31.10.1997

Priority country : JP

---

(54) ALUMINOSILICATE GRAIN

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain aluminosilicate grains having high polishing performance, not scratching the opposite material, excellent in sorption and redispersibility in an aq. system and increasing the mechanical strength of a body to be filled when used as a filler by providing a specified compsn. and an acicular, platy or columnar form.

SOLUTION: The aluminosilicate grains have a compsn. represented by the formula  $aM_2O.bAl_2O_3.cSiO_2.dRmAn.yH_2O$ , wherein M is Na and/or K, R is one or more selected from the group consisting of Na, K, Ca and Mg, A is one or more selected from the group consisting of  $CO_3$ ,  $SO_4$ ,  $NO_3$ , OH and Cl, (a) is 1-6, (b) is 2-8, (c) is 21-2, (d) is 0-4, (m) 1-2, (n) is 1-3 and (y) is 0-32. Preferably M is Na, R is Na and A is  $CO_3$ , or  $NO_3$ . When the aluminosilicate grains form a spherical aggregate, the aggregate preferably has the principal X-ray diffraction peak in  $d=0.365\pm 0.015$  nm.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

05.11.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3028479

[Date of registration]

04.02.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-228127

(43) 公開日 平成11年(1999) 8月24日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>  
C 0 1 B 33/26  
B 0 1 J 20/18  
C 0 9 C 1/68  
C 1 1 D 3/14

識別記号

F I  
C 0 1 B 33/26  
B 0 1 J 20/18  
C 0 9 C 1/68  
C 1 1 D 3/14

E

審査請求 有 請求項の数 8 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平10-311987

(22) 出願日 平成10年(1998)11月2日

(31) 優先権主張番号 特願平9-300769

(32) 優先日 平9(1997)10月31日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 阪口 美喜夫

和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所  
内

(72) 発明者 小寺 孝範

和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所  
内

(72) 発明者 丈野 正晴

和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所  
内

(74) 代理人 弁理士 細田 芳徳

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アルミノシリケート粒子

(57) 【要約】

【課題】 洗浄剤用ビルダー、研磨剤、スクラブ剤、収着剤、濾過剤、充填剤等の広範囲な用途に有用な、研磨性が高く、相手材を傷つけない、収着性及び水系での再分散性に優れ、充填剤として用いたときに被充填物の機械的強度を増加させる多孔質なアルミノシリケート粒子を提供すること。

【解決手段】  $aM_2O \cdot bAl_2O_3 \cdot cSiO_2 \cdot dRmAn \cdot yH_2O$  (式中、MはNa及び/又はK、RはNa、K、Ca及びMgからなる群より選ばれる1種以上、AはCO<sub>3</sub>、SO<sub>4</sub>、NO<sub>3</sub>、OH及びClからなる群より選ばれる1種以上、aは1~6、bは2~8、cは2~12、dは0~4、mは1~2、nは1~3、yは0~32を示す) で表される組成を有し、針状、板状又は柱状のいずれかの形態を有するアルミノシリケート粒子、該粒子からなる研磨剤及び収着剤並びに該粒子を含有する洗浄剤組成物。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】  $aM_2O \cdot bAl_2O_3 \cdot cSiO_2 \cdot dRmAn \cdot yH_2O$

(式中、MはNaおよび／またはK、RはNa、K、CaおよびMgからなる群より選ばれる1種以上、AはCO<sub>3</sub>、SO<sub>4</sub>、NO<sub>3</sub>、OHおよびClからなる群より選ばれる1種以上、aは1～6、bは2～8、cは2～12、dは0～4、mは1～2、nは1～3、yは0～32を示す)で表わされる組成を有し、針状、板状または柱状のいずれかの形態を有するアルミノシリケート粒子。

【請求項2】  $d = 0.365 \pm 0.015$  nmに主たるX線回折ピークを有する請求項1記載のアルミノシリケート粒子。

【請求項3】 JCPDS No. 20-379、20-743、25-776、25-1499、25-1500、30-1170、31-1272、34-176、35-479、35-653、38-513、38-514、38-515および45-1373からなる群より選ばれる1種以上のX線回折パターンを有する請求項1または2記載のアルミノシリケート粒子。

【請求項4】 aが2～3、bが3、cが6、dが1～2、RがNa、mが1、nが1～2である請求項1～3いずれか記載のアルミノシリケート粒子。

【請求項5】 AがNO<sub>3</sub>である請求項1～4いずれか記載のアルミノシリケート粒子。

【請求項6】 請求項1～5いずれか記載のアルミノシリケート粒子からなる研磨剤。

【請求項7】 請求項1～5いずれか記載のアルミノシリケート粒子からなる収着剤。

【請求項8】 請求項1～5いずれか記載のアルミノシリケート粒子を含有する洗浄剤組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、アルミノシリケート粒子に関する。更に詳しくは、洗浄剤用ビルダー、研磨剤、スクラブ剤、収着剤、濾過剤、充填剤等として好適に使用しうるアルミノシリケート粒子に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 アルミノシリケートは、安定性が高く安価なことから、洗浄剤用ビルダー、歯磨き用研磨剤、紙への充填剤、吸着剤等として使用されている。その大半は、Na<sub>2</sub>O-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系のゼオライト粒子である。しかしながら、ゼオライト系粒子は、その結晶系である立方晶の晶癖から表面が平滑なサイコロ状の角張った形態を呈するため、研磨効果は高いが、相手材を傷つけ易いという欠点を有する。また、ゼオライト粒子を樹脂等へ充填した場合、表面が平滑であるため、樹脂の機械的強度が低下するという欠点を有する。さらにゼオライト粒子を吸着剤、吸油剤等として利用する場合

にも、粒子自体の空隙率が小さいため、吸油率が低いという欠点を有する。

【0003】 かかる問題を解決する方法として、種々の方法が提案されている。例えば、特許第2618021号公報には、真球状ゼオライト粉体が開示されているが、球状であるため分散性に優れるが、表面の平滑性は高く空隙も少なく、充填剤、吸着剤等として適さない。また、特許第2555475号公報には、多孔質の無機質微小球体が開示されているが、この場合も表面が平滑で、研磨剤、充填剤等として適さない。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、洗浄剤用ビルダー、研磨剤、スクラブ剤、収着剤、濾過剤、充填剤等の広範囲な用途に有用な、研磨性が高く、相手材を傷つけない、収着性および水系での再分散性に優れ、充填剤として用いたときに被充填物の機械的強度を増加させる多孔質なアルミノシリケート粒子を提供することを目的とする。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 即ち、本発明の要旨は、 $aM_2O \cdot bAl_2O_3 \cdot cSiO_2 \cdot dRmAn \cdot yH_2O$

(式中、MはNaおよび／またはK、RはNa、K、CaおよびMgからなる群より選ばれる1種以上、AはCO<sub>3</sub>、SO<sub>4</sub>、NO<sub>3</sub>、OHおよびClからなる群より選ばれる1種以上、aは1～6、bは2～8、cは2～12、dは0～4、mは1～2、nは1～3、yは0～32を示す)で表わされる組成を有し、針状、板状または柱状のいずれかの形態を有するアルミノシリケート粒子、ならびにその用途に関する。

## 【0006】

【発明の実施の形態】 本発明のアルミノシリケート粒子は、 $aM_2O \cdot bAl_2O_3 \cdot cSiO_2 \cdot dRmAn \cdot yH_2O$  (式中、MはNaおよび／またはK、RはNa、K、CaおよびMgからなる群より選ばれる1種以上、AはCO<sub>3</sub>、SO<sub>4</sub>、NO<sub>3</sub>、OHおよびClからなる群より選ばれる1種以上、aは1～6、bは2～8、cは2～12、dは0～4、mは1～2、nは1～3、yは0～32を示す)で表わされる組成を有する。

【0007】 前記アルミノシリケート粒子において、Mは、好ましくはNaである。MがNaおよびKである場合、 $aM_2O$ は、 $a_1Na_2O \cdot a_2K_2O$  (但し、 $a_1 + a_2 = a$ ) で表わされる。

【0008】 前記アルミノシリケート粒子において、Rは、好ましくはNaである。

【0009】 前記アルミノシリケート粒子において、Aは、好ましくはCO<sub>3</sub> またはNO<sub>3</sub>である。

【0010】 本発明のアルミノシリケート粒子は、針状、板状または柱状の形態を有するものである。ここで、針状結晶とは、太さが500nm以下で、長さが太

さに対してアスペクト比で 2.0 以上のものをいい、板状結晶とは、厚さが 300 nm 以下で、板状径が厚みに対してアスペクト比で 2.0 以上のものをいい、柱状結晶とは、太さが 50 nm 以上で、長さが太さに対してアスペクト比で 1.0 以上 2.0 未満のものをいう。

【0011】このようなアルミノシリケート粒子は、製造条件によっては針状結晶、板状結晶または柱状結晶の集合体として得られる。なお、前記アルミノシリケート粒子は、前記結晶が球状、テトラポッド状、塊状の集合体を形成したものが好ましく、これらの二次集合体でもよい。また、本発明のアルミノシリケート粒子の多孔性は、吸油能、吸着特性等の収着性の観点から重要で、粒子内の空隙率が 5~95 体積%が好ましく、10~90 体積%がより好ましく、20~90 体積%がさらに好ましく、30~90 体積%が特に好ましい。なお、空隙率の測定方法は粒子の断面形状から算出される。

【0012】アルミノシリケート粒子が球状の集合体である場合、球状の粒子形状を保つ観点から、 $d = 0.365 \pm 0.015$  nm に主たる X 線回折ピークを有するものが好ましい。ここで、「主たる X 線回折ピーク」とは、最強のピークあるいは最も強い回折ピーク強度に対し 20% 以上の回折強度を示すピークをいう。

【0013】また、アルミノシリケート粒子としては、多孔質な粒子を得る観点から、JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) No. 20-379、20-743、25-776、25-1499、25-1500、30-1170、31-1272、34-176、35-479、35-653、38-513、38-514、38-515 および 45-1373 からなる群より選ばれる 1 種以上のカンクリナイト様の X 線回折パターンを有するものが好ましい。特に、針状結晶、板状結晶または柱状結晶のいずれかからなる多孔質度の高いアルミノシリケート粒子は、カンクリナイト様の X 線回折パターン JCPDS No. 38-513 を示し、概略組成が、 $a$  が 2~3、 $b$  が 3、 $c$  が 6、 $d$  が 1~2、 $R$  が Na、 $m$  が 1、 $n$  が 1~2 である。

【0014】また、本発明のアルミノシリケート粒子の粒径は、平均粒径で 0.1~500  $\mu$ m が好ましく、1~100  $\mu$ m がより好ましい。

【0015】本発明のアルミノシリケート粒子を製造する方法としては、特に限定がないが、例えば、Al 化合物と Si 化合物を  $\text{CO}_3^{2-}$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{Cl}^-$  等の存在下、アルカリ溶液中で反応させる方法等があげられる。

【0016】Al 化合物としては、例えば、酸化アルミニウム、水酸化アルミニウム、アルミン酸ナトリウム等があげられる。Si 化合物としては、例えば、ケイ砂、ケイ石、水ガラス、ケイ酸ナトリウム等があげられる。

あるいは、Al 化合物および Si 化合物の両者の原料となるものとして、例えば、カオリン、モンモリロナイト、ベントナイト、マイカ、タルク等の粘土鉱物およびムライト等のアルミノケイ酸塩鉱物を用いてもよい。

【0017】 $\text{CO}_3^{2-}$  の原料としては、炭酸ガス、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸ナトリウムカリウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム等があげられ、 $\text{SO}_4^{2-}$  の原料としては、硫酸ナトリウム、硫酸カリウム、硫酸ナトリウムカリウム等があげられ、 $\text{NO}_3^-$  の原料としては、硝酸、硝酸ナトリウム、硝酸カリウム等があげられ、 $\text{Cl}^-$  の原料としては、塩化ナトリウム、塩化カリウム等があげられる。

【0018】アルカリ溶液のアルカリとしては、酸化ナトリウム、酸化カリウム等の酸化物；水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等の水酸化物；炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸ナトリウムカリウム等の炭酸塩；炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム等の炭酸水素塩等が使用できる。必要に応じて、酸化カルシウム、酸化マグネシウム等の酸化物；水酸化カルシウム、水酸化マグネシウム等の水酸化物；炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、ドロマイト等の炭酸塩；炭酸水素カルシウム、炭酸水素マグネシウム等の炭酸水素塩等を使用してもよい。

【0019】本発明のアルミノシリケート粒子は、前記の各種化合物を所定の割合で配合し混合して得ることができる。配合の割合については、得られる所望のアルミノシリケート粒子の組成により、適宜決定される。特に、原料の配合比率は、各原料を  $a\text{M}_2\text{O}$ 、 $b\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $c\text{SiO}_2$ 、 $d\text{RmAn}$  で表示した場合（例えば、KOH は  $\text{K}_2\text{O}$ 、NaOH は  $\text{Na}_2\text{O}$  と換算する）、 $b/c = 0.01 \sim 10$ 、 $a/c = 0.01 \sim 100$  および  $d/c = 0.01 \sim 100$  の範囲であることが望ましい。

【0020】また、反応中の前記組成で表されるアルミノシリケート粒子の固形分濃度は、0.1~50 重量%であることが望ましい。

【0021】また、本発明のアルミノシリケート粒子を製造する際の反応温度は、アルミノシリケート粒子の結晶性を高め、アルミノシリケート粒子の形態を安定化させる観点および反応容器への化学的、耐圧的負荷を低減させる観点から、好ましくは 15~300℃、より好ましくは 60~150℃、さらに好ましくは 80~130℃である。また、反応時間は、結晶化反応を完全に行わせる観点から、2 時間以上、好ましくは 8 時間以上が望ましい。

【0022】本発明のアルミノシリケート粒子の吸油能は、液状の界面活性剤、薬品、食品、香料等を担持して使う場合に必要で、しみ出し防止の観点から、好ましくは 0.5 ml/g 以上、より好ましくは 0.8 ml/g 以上、特に好ましくは 1.0 ml/g 以上である。

【0023】なお、衣料用洗剤用の吸油担体としての前

10

20

30

40

50

記吸油能の測定は、JIS 5101の顔料試験法（吸油能）に準じ、吸収させる物質をあまに油のかわりにPOE（8）ラウリルエーテルを用いて測定する。

【0024】本発明のアルミノシリケート粒子は、相手材を傷つけず、研磨性が高く、収着性および分散性に優れ、充填剤として用いたときに被充填物の機械的強度を増加させるという性質を有する。

【0025】本発明のアルミノシリケート粒子の使用形態としては、分散性が高いことから粉体での使用が適している。また、本発明のアルミノシリケート粒子は、他の無機粉末、有機粉体、金属粉体等と混合して使用してもよく、さらに必要に応じて、成形体として使用してもよい。

【0026】本発明のアルミノシリケート粒子の用途としては、洗浄剤用ビルダー、研磨剤、スクラブ剤、収着剤、濾過剤、充填剤等があげられる。ここで、収着剤とは、液体または気体を吸収または吸着する剤をいう。具体的な用途としては、例えば、食器、歯牙、皮膚、金属、プラスチック、ガラス、塗装、めっきおよび樹脂用洗浄剤用の研磨剤、染料または色素を収着する担持体、殺菌剤または殺虫剤の収着剤、各種香料の収着剤、各種ガス収着剤、カイロ用充填剤、吸油担体、濾過助剤、紙、プラスチック類、樹脂等への充填剤、染料および色素の担持体、化粧品用体質顔料、イオン交換体、水処理剤および水処理用各種菌担持体、高温ガスの乾燥剤等があげられ、これらの中では研磨剤および収着剤が特に好ましい。

【0027】また、本発明のアルミノシリケート粒子は、1～50重量%程度のアニオン界面活性剤、両性界面活性剤、非イオン界面活性剤等の界面活性剤と併用して、洗浄剤組成物とすることができる。

【0028】アニオン界面活性剤としては、例えば、高級アルコール若しくはそのエトキシレート化物の硫酸エステル塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、パラフィンスルホン酸塩、 $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸塩、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキルエステルの塩または脂肪酸塩等があげられる。ここで、塩としては、Na塩、K塩等のアルカリ金属塩が好ましい。

【0029】両性界面活性剤としては、例えば、カルボキシベタイン、スルホベタイン、アミドベタイン等のベタイン型両性界面活性剤や長鎖アルキルジメチルアミノオキシド等があげられる。

【0030】非イオン界面活性剤としては、例えば、高級アルコールのエチレンオキシド付加物、若しくはエチレンオキシド/プロピレンオキシド付加物、脂肪酸アルカノールアミド、アルキルポリグリコシド等があげられる。

【0031】前記洗浄剤組成物の用途としては、特に限定されるものではないが、衣料用洗剤、食器用洗剤、住居用洗剤、自動車用洗剤、歯ミガキ剤、身体用洗剤、金

属用洗浄剤として用いられる。特に研磨性を有する自動車用洗剤とするのが好ましい。

【0032】また、本発明のアルミノシリケート粒子を研磨剤、収着剤、充填剤等として用いる場合、該粒子表面に有機物、ポリマー、酸化物、非酸化物、金属等を修飾してもよく、あるいは金属イオンをイオン交換させてもよい。

【0033】

【実施例】実施例1

10 水酸化カリウム1120gおよび硝酸ナトリウム850gをイオン交換水5000mlに溶解させた溶液中で、カオリン50gを混合分散し、攪拌下、80℃で24時間反応させた。反応後、生成したアルミノシリケート粒子を洗浄し、濾過し、乾燥して、アルミノシリケート粒子の粉体を得た。得られたアルミノシリケート粒子は、図1に示す板状結晶が集合した多孔質な球状形態を呈していた。

20 【0034】得られたアルミノシリケート粒子2gをビーカーにはかりとり、ポリオキシエチレン（8）ラウリルエーテル（エチレンオキシド付加モル数8モル）を滴下し、ガラス棒でかきまぜ、ガラス棒にポリオキシエチレン（8）ラウリルエーテルを含んだ粉体が塊状となり付着するのに要したポリオキシエチレン（8）ラウリルエーテル量から吸油能を求めたところ、吸油能は1.3ml/gであった。

【0035】得られたアルミノシリケート粒子の粉体は、X線回折装置（株）リガク製、RAD-C、CuK $\alpha$ ）を用いてX線回折を行なった結果、 $d=0.367\text{nm}$ に強い回折ピークを有し、JCPDS No. 38-513に相当していた。アルミノシリケート粒子の組成は、概略 $\text{K}_2\text{O} \cdot 2\text{Na}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 2\text{NaNO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ であった。

【0036】実施例2

水酸化ナトリウム800gおよび炭酸ナトリウム850gをイオン交換水5000mlに溶解させた溶液中で、カオリン50gを混合分散し、実施例1と同様にして、アルミノシリケート粒子の粉体を得た。得られたアルミノシリケート粒子は、図2に示す柱状結晶が集合した多孔質な球状形態を呈していた。

30 【0037】吸油能を、実施例1と同様にして求めたところ、0.55ml/gであった。

【0038】また、得られたアルミノシリケート粒子の粉体は、実施例1と同様にしてX線回折を行った結果、 $d=0.367\text{nm}$ に強い回折ピークを有し、JCPDS No. 38-513に相当していた。アルミノシリケート粒子の組成は、概略 $3\text{Na}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot \text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ であった。

【0039】実施例3

50 アルミン酸ナトリウム860g、水酸化ナトリウム1450gおよび硝酸ナトリウム1530gをイオン交換水

27000mlに溶解させた溶液中で、3号ケイ酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{O}=9.7$ 重量%,  $\text{SiO}_2=29.7$ 重量%,  $\text{H}_2\text{O}=60.6$ 重量%)を添加混合し、実施例1と同様にして、アルミノシリケート粒子の粉体を得た。得られたアルミノシリケート粒子は、図3に示す針状結晶が集合した多孔質な球状形態を呈していた。

【0040】吸油能を、実施例1と同様にして求めたところ、 $1.8\text{ml/g}$ であった。また、得られたアルミノシリケート粒子の粉体は、実施例1と同様にしてX線回折を行った結果、 $d=0.366\text{nm}$ に強い回折ピークを有し、JCPDS No. 38-513に相当していた。得られたX線回折パターンを図5に示す。アルミノシリケート粒子の組成は、概略 $3\text{Na}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot \text{NaNO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ であった。

#### 【0041】試験例1

実施例1～3で得られたアルミノシリケート粒子について、研磨剤としての特性を評価した。

【0042】1:1 (重量比)の水:グリセリン溶媒に、実施例1～3で得られたアルミノシリケート粒子および比較例として用いた4Aゼオライト粉体(図4に形態写真を示すように立方体状の非凝集結晶)を、それぞれ、濃度が10重量%となるように分散させたものを、2枚の亚克力板( $10\text{cm} \times 10\text{cm} \times 0.5\text{cm}$ )の間に保持し、片方の亚克力板を固定し、もう片方の亚克力板を5kgfの加重下で100回往復摺動させたのち、固定した亚克力板の磨耗性と傷つき性を評価した。

【0043】その結果を表1に示す。表1中、磨耗性が「優」とは研磨量が亚克力板の重量減少で亚克力板1枚あたり0.1g以上、「良」とは研磨量が亚克力板の重量減少で亚克力板1枚あたり0.01～0.1gである。傷つき性が「大」とは亚克力板の研磨傷が多数ですりガラス状になっていることで、「小」とは亚克力板に研磨傷はあるが、透明性を保っていることで、「なし」とは、亚克力板が非研磨部分と同程度透明であることを意味する。

#### 【0044】

【表1】

使用した粉体	磨耗性	傷つき性
実施例1	良	なし
実施例2	優	小
実施例3	良	なし
比較例	良	大

【0045】実施例1～3で得られたアルミノシリケート粒子は、研磨性が高く、相手材を傷つかなかった。このことから、ガラス、金属面、樹脂、塗装面、めっき面、歯牙等の研磨剤として有用なことが明らかである。

#### 【0046】試験例2

実施例3で得られたアルミノシリケート粒子について、水蒸気捕捉能を評価した。

【0047】実施例3で得られたアルミノシリケート粒子の粉体100gおよび比較例として用いた4Aゼオライト粉体100gを、それぞれ、ステンレスバットに入れ、50℃、相対湿度80%の雰囲気下に5～60分放置し、経時時間での重量増加を測定し、水蒸気捕捉能を評価した。その結果を表2に示す。

#### 【0048】

【表2】

経過時間の水蒸気捕捉量 (重量%)	実施例3	比較例
5分後	2.8%	0.4%
10分後	3.3%	0.3%
60分後	5.3%	-0.4%

【0049】実施例3で得られたアルミノシリケート粒子の粉体は、高温下でも水蒸気をトラップし、水蒸気捕捉能に優れていた。このことから、高温ガスの乾燥剤として有用であることがわかる。

#### 【0050】試験例3

実施例1および3で得られたアルミノシリケート粒子について、吸油力を評価した。

【0051】実施例1および3で得られたアルミノシリケート粒子の粉体ならびに比較例として用いた4Aゼオライト粉体を、それぞれ活性剤担持体としてノニオン活性剤系の衣料用粉末洗浄剤に15重量%配合し、濾紙上に静置し、室温で6ヶ月間保存したのちのノニオン活性剤系の衣料用粉末洗浄剤のシミだし状況を観察した。用いた衣料用粉末洗浄剤のモデル配合組成は、ゼオライト粉末30重量%、炭酸ナトリウム20重量%、1号粉末ケイ酸ナトリウム10重量%、ポリオキシエチレンラウリルエーテル20重量%、硫酸ナトリウム5重量%、吸油担体として、それぞれ15重量%の実施例1および3で得られたアルミノシリケート粒子、比較例として用いた4Aゼオライト粉体である。

【0052】その結果、比較例の4Aゼオライト粉体を担持体として用いた場合は、濾紙に多量のシミだしが認められたが、実施例1および3の粉体を用いた場合はいずれの場合も、ほとんどしみ出しは認められず、吸油力が高いことがわかった。

#### 【0053】試験例4

実施例1および3で得られたアルミノシリケート粒子について、水系での再分散性を評価した。

【0054】実施例1および3で得られたアルミノシリケート粒子の粉体ならびに比較例として用いた4Aゼオライト粉体を、それぞれ濃度が20重量%となるように水中に分散し、室温で1ヶ月静置したのち、振とう攪拌し、再分散性を評価した。

【0055】その結果、実施例1および3の粉体は、静

置後沈降状態であったが、振とう攪拌することによりすぐに再分散し、再分散性に優れていることがわかった。一方、比較例の4Aゼオライト粉体は、静置後強固な沈降物となり、振とう攪拌してもほとんど再分散しなかった。

#### 【0056】試験例5

実施例3で得られたアルミノシリケート粒子について、充填剤としての特性を評価した。

【0057】実施例3で得られたアルミノシリケート粒子の粉体および比較例として用いた4Aゼオライト粉体を、それぞれ、170℃でアクリル樹脂（三菱レーヨン製、商品名：アクリペット）中に、2重量%および4重量%練り込み、成形板（10cm×10cm×2mm）を作成し、得られた成形板の強度を比較した。その結果、実施例3の粉体を2重量%および4重量%練り込んだものは、曲げ強度が約20～35%向上し、被充填物の機械的強度を増加させることが分かったが、比較例の粉体を練りこんだものは、ほとんど向上しないか、逆に若干低下した。

#### 【0058】実施例4

水酸化ナトリウム94gをイオン交換水1000mlに溶解させ、さらに硝酸（61%）130gとアルミン酸ナトリウム溶液（ $\text{Na}_2\text{O}=20.31$ 重量%、 $\text{Al}_2\text{O}_3=25.82$ 重量%、 $\text{H}_2\text{O}=53.87$ 重量%）124gを混合した溶液に、水ガラス（ $\text{Na}_2\text{O}=9.7$ 重量%、 $\text{SiO}_2=29.7$ 重量%、 $\text{H}_2\text{O}=60.6$ 重量%）127gを添加混合し、100℃15時間反応させた。反応後、実施例1と同様にアルミノシリケート粒子の粉体を得た。得られたアルミノシリケート粒子は図6に示すように、針状結晶が集合した形態を有していた。なお、アルミノシリケート粒子の組成は実施例3と概略同じであった。X線回折を行った結果、JCPDS No. 38-513に相当していた。

#### 【0059】実施例5

水酸化ナトリウム47gをイオン交換水1000mlに溶解させ、さらにアルミン酸ナトリウム溶液（ $\text{Na}_2\text{O}=20.31$ 重量%、 $\text{Al}_2\text{O}_3=25.82$ 重量%、 $\text{H}_2\text{O}=53.87$ 重量%）73gを混合した溶液に、水ガラス（ $\text{Na}_2\text{O}=9.7$ 重量%、 $\text{SiO}_2=29.7$ 重量%、 $\text{H}_2\text{O}=60.6$ 重量%）119gを添加混合し、100℃で2時間反応させた。その後、水酸化ナ

トリウム15gをイオン交換水50mlに溶解させ、硝酸（61%）57gを混合した溶液を、追加添加しさらに100℃10時間反応させた。反応後、実施例1と同様にアルミノシリケート粒子の粉体を得た。得られたアルミノシリケート粒子は、図7に示すように、柱状結晶がテトラポッド状に発達した形態を有していた。なお、アルミノシリケート粒子の組成は、概略 $3\text{Na}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 7\text{SiO}_2 \cdot 2\text{NaNO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ であった。X線回折を行った結果、JCPDS No. 38-513に相当していた。

【0060】以上の実施例の結果が示すように、本発明のアルミノシリケート粒子は、研磨性が高く、相手材を傷つけず、研磨剤として最適で、特に水系での再分散性に優れているので液体洗浄剤の研磨剤として好適である。また、水蒸気等の気体の吸着能、特に液体の界面活性剤等の吸収能に優れ、各種吸着用担体としても有用である。さらに、充填剤として用いたときに被充填物の機械的強度を増加させるのにも有用である。

#### 【0061】

【発明の効果】本発明のアルミノシリケート粒子は、針状結晶、板状結晶または柱状結晶の集合体からなるため、相手材を傷つけず、研磨性が高く、収着性および水系での再分散性に優れる。また、充填剤として用いたときに被充填物の機械的強度を増加させるという効果を奏する。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、実施例1で得られたアルミノシリケート粒子の結晶構造を示す写真である。

【図2】図2は、実施例2で得られたアルミノシリケート粒子の結晶構造を示す写真である。

【図3】図3は、実施例3で得られたアルミノシリケート粒子の結晶構造を示す写真である。

【図4】図4は、比較例として用いた4Aゼオライト粉体の結晶構造を示す写真である。

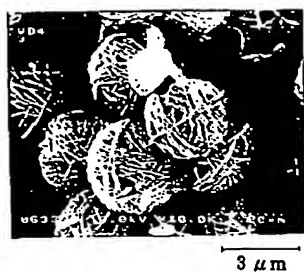
【図5】図5は、実施例3で得られたアルミノシリケート粒子のX線回折パターンを示す。

【図6】図6は、実施例4で得られたアルミノシリケート粒子の結晶構造を示す写真である。

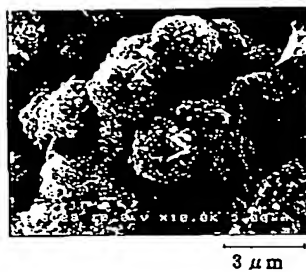
【図7】図7は、実施例5で得られたアルミノシリケート粒子の結晶構造を示す写真である。



【図 1】



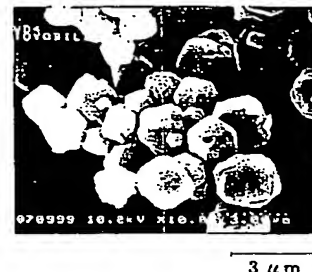
【図 2】



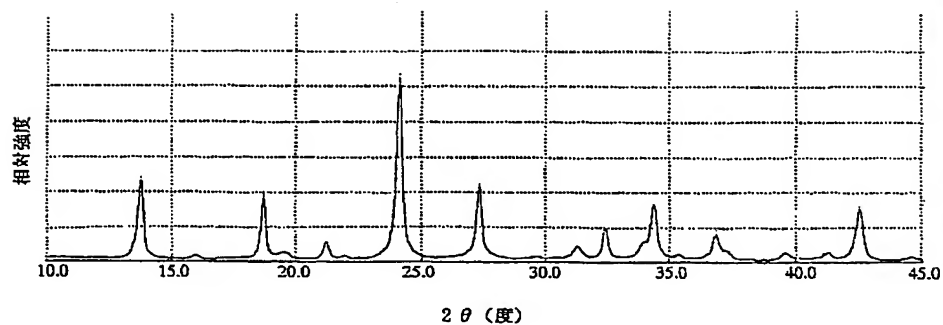
【図 3】



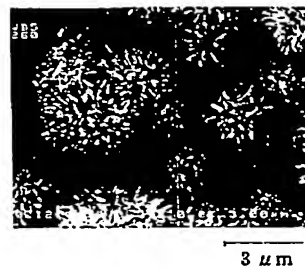
【図 4】



【図 5】



【図 6】



【図 7】



フロントページの続き

(72)発明者 阪本 一朗  
和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所  
内